

PCT

世界知的所有権機関
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

| | | |
|--|----|---|
| (51) 国際特許分類6 C30B 15/00, 29/06, H01L 21/208 | A1 | (11) 国際公開番号 WO97/21853 |
| | | (43) 国際公開日 1997年6月19日(19.06.97) |
| (21) 国際出願番号 PCT/JP95/02514 | | (74) 代理人 弁理士 好富幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒110 東京都台東区台東2丁目19番10号 Tokyo, (JP) |
| (22) 国際出願日 1995年12月8日(08.12.95) | | (81) 指定国 CN, JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). |
| (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP) | | (添付公開書類 国際調査報告書) |
| (72) 発明者: および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 太田友彦(OHTA, Tomohiko)[JP/JP] 園川 将(SONOKAWA, Susumu)[JP/JP] 〒961 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 白河工場内 Fukushima, (JP) 添田 啓(SOETA, Satoshi)[JP/JP] 〒915 福井県武生市北府2丁目13番50号 信越半導体株式会社 武生工場内 Fukui, (JP) 児玉義博(KODAMA, Yoshihiro)[JP/JP] 〒942-01 新潟県中頸城郡頸城村大字城野腰新田字 砂原398-5番地 信越半導体株式会社 屏潟工場内 Niigata, (JP) | | |
| (54) Title: SINGLE CRYSTAL PRODUCTION APPARATUS AND PROCESS | | |
| (54) 発明の名称 単結晶製造装置および製造方法 | | |
| (57) Abstract An apparatus and process for producing single crystals according to the Czochralski method for pulling up crystals, wherein the production efficiency and qualities of the crystals can be improved by freely controlling the temperature distribution and heat history of the crystals to be pulled up. The invention relates to a production apparatus according to the Czochralski method provided with a cylinder (19) that is airtightly joined to the ceiling of a lift chamber at the upper end thereof and is closed up to the surface of a melt in a crucible at the lower end thereof and that surrounds coaxially the pulled single crystal bar, and is characterized in that the lower end of the cylinder is provided with a heat-barrier body (25) occupying 30-95 vol.% of the space that is enclosed by the crystal surface, the inner wall of a quartz crucible and the surface of a melt and has a height corresponding to the radius of the crystal to be pulled up from the melt; a process for producing single crystals with the use of the above apparatus; a method of controlling the temperature distribution and heat history of the crystals thus pulled up; and single crystals thus produced. As the apparatus is provided with a heat-barrier body (25) having a sufficient barrier effect, it does not cause any lowering in the velocity of pulling even when the diameter of the pulled single crystal is increased, can uniform the temperature at the whole solid-liquid boundary, does not lower the convention into singl crystals, and can control readily and accurately the temperature distribution and heat history of the crystals to be pulled up. | | |
| | | |

(57) 要約

本発明は、チョクラルスキー法によって結晶を引上げる際に用いる装置およびこの装置を用いて結晶を製造する方法において、特に引上げ結晶の温度分布、熱履歴を自在にコントロールすることによって、結晶の製造効率および品質を向上ならしめることができる単結晶製造装置および製造方法に関するものである。

本発明は、上端を引上室天井に気密結合し、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上単結晶棒を同軸に囲繞する円筒(19)を有するチョクラルスキー法による単結晶製造装置において、前記円筒(19)の下端部に、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30~95容量%を占める大きさの熱遮蔽体(25)を設置したことを特徴とする単結晶製造装置、およびこの装置を用いて単結晶を製造する方法、引上結晶の温度分布、熱履歴を制御する方法、さらにはこの方法により製造された単結晶を要旨とするものである。

本発明では、十分な熱遮蔽効果をもつ熱遮蔽体(25)を具備するので、引上単結晶の口径が大きくなっても引上速度の低下をきたすこともなく、また固液界面全体での温度の均一化がはかられ、単結晶化率の低下もない上、結晶熱履歴、結晶の温度分布を容易にかつ精度よく制御できる結晶製造装置および製造方法が提供される。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

| | | | | | | | |
|----|-----------|----|-------------|----|-------------|-------|------------|
| AL | アルバニア | EE | エストニア | LR | リベリア | RU | ロシア連邦 |
| AM | アルメニア | ES | スペイン | LS | レソト | SUDE | スー・ダーン |
| AT | オーストリア | FI | フィンランド | LT | リトアニア | SEG | スウ・エーテン |
| AU | オーストラリア | FR | フランス | LU | ルクセンブルグ | SSKIN | シンガポール |
| AZ | アゼルバイジャン | GA | ガボン | LV | ラトヴィア | SSZN | スロ・ヴェニア共和国 |
| BB | ベルベドス | GB | イギリス | MC | モナコ | SSZ | セネガル |
| BE | ベルギー | GE | グルジア | MD | モルドバ | TGD | スウェーデン |
| BF | ブルガリア・ファソ | GH | ガーナ | MG | マダガスカル | TGJ | チャーチード |
| BG | ブルガリア | GN | ギニア | MK | マケドニア旧ユーゴスラ | TRT | トルコ |
| BJ | ベナン | GR | ギリシャ | VI | ヴァイア共和国 | TTM | タジキスタン |
| BR | ブラジル | HU | ハンガリー | ML | マリ | TTU | トルクメニスタン |
| BY | ベラルーシ | IE | アイスランド | MN | モンゴル | TRA | トリニダード・トバゴ |
| CA | カナダ | IS | アイスランド | MR | モーリタニア | UUAC | ウクライナ |
| CF | 中央アフリカ共和国 | IT | イタリー | MW | マラウイ | UOOSZ | ウガンダ |
| CG | コンゴー | JP | 日本 | MX | メキシコ | VYU | 米国 |
| CH | イス | KE | ケニア | NE | ニジェール | WZB | ウズベキスタン共和国 |
| CI | コート・ジボアール | KG | キルギスタン | NL | オランダ | WZT | トイタナム |
| CM | カメルーン | KP | 朝鮮民主主義人民共和国 | NO | ノルウェー | YU | ユーゴスラビア |
| CN | 中国 | KR | 大韓民国 | NZ | ニュージーランド | | |
| CZ | チェコ共和国 | KZ | カザフスタン | PZ | ポーランド | | |
| DE | ドイツ | LI | リヒテンシュタイン | PT | ポルトガル | | |
| DK | デンマーク | LK | スリランカ | RO | ルーマニア | | |

明細書

単結晶製造装置および製造方法

5 標題分野

本発明は、チョクラルスキー法によって結晶を引上げる際に用いる装置およびこの装置を用いて結晶を製造する方法において、特に引上げ結晶の温度分布、熱履歴を自在にコントロールすることによって、結晶の製造効率および品質を向上ならしめることができる単結晶製造装置および製造方法に関するものである。

背景技術

近年、半導体デバイスの高集積化、高精度化がますます進み、半導体結晶基板も大口径化、高品質化の一途をたどっている。半導体結晶は主にチョクラルスキー法（引上法）で製造されており、更なる大口径化、高品質化への努力が続けられているところである。

例えば、このチョクラルスキー法でシリコン単結晶棒を製造する場合につき第4図を用いて説明すると、引上室（金属製チャンバー）1のほぼ中央に、黒鉛サセブター2に保持された石英ルツボ3を設け、この黒鉛サセブター2の底部中央を回転、上下自在の支持軸4で下方より支持する。石英ルツボの中に原料の多結晶シリコンを充填し、これを保温体5で囲繞された黒鉛ヒーター6により加熱、溶融して融液7とする。引上室1の天井中央には開口部8を有し、これに接続したサブチャンバー9の中を通って先端に種結晶10を保持した回転、上下自在の引上軸11を降下し、種結晶を融液7に浸漬した後、引上軸11および石英ルツボを回転しながら種結晶を引上げると、その下に単結晶棒12を成長させることができる。

従来、このようなチョクラルスキー法によって単結晶棒を製造する場合に起こる問題点について列記しておく。まず結晶引上げ中には保護ガス例えばアルゴンガスをサブチャンバー9の上部より導入し、排出口15より排出す

る。導入する保護ガスは極めて高純度であるが、引上室内において石英ルツボ3とシリコン融液7とが反応してSiO蒸気が融液面より発生する。このSiO蒸気の大部分は、引上室上部の空間から下方に向けて排出されるが、引上室上部空間や引上げる単結晶棒12と融液表面の周辺とに乱流13、14があると、その一部は石英ルツボ上端の内壁部16や引上室上部の内壁部17といった比較的低温部に微粉の集合体となって層状又は塊状に析出する。これが結晶引上げ中に融液面に落下し、結晶成長界面に付着することによって、単結晶棒が有転位化する原因となる。

また引上室内では、黒鉛サセプター2、黒鉛ヒーター6、保温体（例えば10、黒鉛フェルト）5等の炭素材と前記SiOあるいは石英ルツボとが反応してCOガスが発生する。引上室上部空間や引上げる単結晶棒12と融液表面の周辺とに乱流13、14があると、このCOガスは融液表面に還流して接触し、単結晶シリコン棒中に混入する炭素濃度を高め、この単結晶棒よりつくったウェーハの集積回路素子の特性を劣化させる原因となる。

15 単結晶棒12の引上速度は、固液界面における単結晶棒の温度勾配によって支配されるが、この温度勾配は黒鉛サセプター2、石英ルツボ3、融液表面等から結晶への輻射熱および結晶の冷却速度の影響を大きく受ける。生産性を向上するためには引上速度はできるだけ速い方が良いが、引上単結晶の口径が大きくなると、結晶化潜熱が大きくなりかつ前記輻射熱も大きくなる20ため、いきおい引上速度は低下し、生産性も著しく悪化する。また、結晶が大口径化すると、固液界面全体での温度の均一化が難しくなり、単結晶化率が低下し、収率が著しく低下する。

結晶の品質面について言うと、例えばシリコン単結晶基板上に集積回路素子を形成する場合、熱酸化工程で基板表面に酸化誘起積層欠陥(Oxidation Induced Stacking Fault, 以下OSFと言う)、スワール欠陥(Spiral Defect)、他の微小欠陥が形成されやすく、電子回路素子の特性を劣化させるが、従来のチョクラルスキ法の装置ではこれらの諸欠陥の発生を完全に抑制することは困難で、特に結晶が大口径化するにつれてこの傾向が著しくなる。

また、近年の半導体素子の高集積化、高精度化により、半導体結晶の品質への要求も厳しくなり、結晶の更なる高純度化、低欠陥化、均一化が要求されるところである。特に最近では、原料の高純度化や使用部材の高純度化、装置の高精度化のみならず、成長中の結晶の熱履歴が結晶欠陥等に大きく影響することが判明してきている。例えば、シリコンにおいてはOSF、酸素析出、BMD (Bulk Micro-Defect)、FPD (Flow Pattern Defect)、LSTD (Laser Scattering Tomography Defect)、COP (Crystal Originated Particle)、そして酸化膜耐圧等の種々の特性が熱履歴に影響され、またGaP、GaAs、InP等の化合物半導体では転位密度やドナーあるいはアクセプターとして働く欠陥レベルが、熱履歴に大きく影響されることが解明されている。従って、結晶成長中の熱履歴を調整することで結晶中の欠陥を制御すべく、種々の炉内構造をもつ引上装置が提案されているが、いずれも熱履歴を高精度で制御するに至っていない。

かかる上記に列記した問題点を解決するため従来下記のような提案がなされている。

①日本国特公昭57-40119号公報

これは、第5図に示すように、るっぽ3とるっぽ内の融液7とを部分的にカバーする装置において、るっぽ3の縁から突出している上部の平たい環状リム30と、この環状リムに取り付けられ、内側の縁から円筒状に下方に傾斜しているまたは円錐状に先細りになっている連結部31とからなり、この連結部の内部高さがるっぽの深さの0.1~1.2倍である部材を設けることを特徴とする単結晶引上装置である。

②日本国特開昭64-65086号公報

これは、第6図に示すように、引上単結晶棒12を同軸に囲繞する円筒19を設け、その一端は引上室天井中央の開口縁に気密結合し、他端は石英るっぽ3内の融液7の表面に向けて垂下し外上方に折り返して拡開されたカラーニー20を有してなることを特徴とする単結晶棒の製造装置である。

これらは、引上速度の向上、SiO析出物のシリコン融液への落下防止、OSFの抑制等に一定の効果を奏している。しかし、近年の結晶の更なる大口径化（シリコンであれば8"φ以上）、品質の高度化に追随できなくなっているのが現状である。

5 すなわち、①の装置では、OSFや酸化膜耐圧をはじめとした近年問題となっている新しい品質要求に対する対策は全く考慮がなされていないし、実際問題、同装置のカバー部材は比較的薄い金属で出来ており、輻射熱の遮断効果が少なく8"φ以上といった大口径結晶の引上げには適さない。また、結晶の周囲に配設された円錐状に先細りになっている連結部31の内部高さ
10 10が短いことから、引上過程で結晶が連結部31を越えた時から、水冷された金属チャンバーに直接輻射熱を放出するため、結晶の温度分布、熱履歴の制御をすることは出来ないし、引上室上部空間が広いのでガスの乱流14が発生しており種々の弊害をもたらす。

また、②の装置では、引上単結晶棒を同軸に囲繞する円筒19を設け、その一端は引上室天井中央の開口縁に気密結合し、他端は石英るっぽ内の融液7の表面に向けて垂下し外上方に折り返して拡開されたカラー20を有しているので、ガスの整流作用および結晶の保温または冷却効果は①の装置に比べれば改善されるものの、カラー20が比較的小さい上、薄い材質で出来ており、近年の大口径結晶の引上げにおいては、やはり輻射熱の遮断効果が不十分である。また、カラーの拡開角度αの調整により、ある程度の結晶熱履歴の調整が出来るものの、調整出来る範囲が狭く、最近要求されている種々の結晶品質のすべてを満足する、高精度で極め細やかな制御は出来ない。

以上のように、従来の装置は、熱遮蔽効果が不十分であるため、結晶の熱履歴、温度分布を調整出来る範囲が非常に狭く、引上げる結晶口径が変わることびに、炉内構造等の装置全体の設計変更が必要になり、一からやり直しになるという不利益もある。

発明の開示

（発明が解決しようとする技術的課題）

本発明はこのような背景のもとになされたもので、引上単結晶の口径が大きくなっても十分な熱遮蔽効果をもち、引上速度の低下をきたすこともなく、また固液界面全体での温度の均一化がはかられ、単結晶化率の低下もない上、結晶熱履歴、結晶の温度分布を容易にかつ精度よく制御できる結晶製造装置および製造方法を提供しようとするものである。

(課題の解決方法)

かかる課題を解決すべくなされた本発明は、上端を引上室天井に気密結合し、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上単結晶棒を同軸に囲繞する円筒を有するとともに、その下端部に、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30～95容量%を占める、従来に比し非常に大きい熱遮蔽体を設置したもので、これにより熱遮蔽効果が十分とされる他、この熱遮蔽体を着脱自在とすることにより、その大きさ、形状、材質、挿入材料を自在に変更し、目的に応じ結晶熱履歴を適切に調整制御することを可能とするもので

ある。

すなわち本発明の第1の発明は、

「上端を引上室天井に気密結合し、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上単結晶棒を同軸に囲繞する円筒を有するチョクラルスキー法による単結晶製造装置において、前記円筒の下端部に、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30～95容量%を占める大きさの熱遮蔽体を設置したことを特徴とする単結晶製造装置。」である。

このように本発明にあっては、上端を引上室天井に気密結合し、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上単結晶棒を同軸に囲繞する円筒を有するので、保護ガスの整流作用が高く乱流が生じない。従って、SiO粉の析出による結晶有転位化の問題、COガスの還流による汚染の問題が生じないし、円筒径、材質、保護ガス量等の調整により引上室上部で結晶を保温または冷却することができる。また、結晶の引上速度、大口径結晶の無転位化、熱履歴起因の結晶品質等は、固液界面およびこれに続く融液から上方に引上結

晶の半径分の高さにおける温度の勾配、均一性によって大きな影響を受けるので、本発明では、前記円筒の下端部に、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30～95容量%を占めるという大きな熱遮蔽体を設置し、この部分5での融液表面、石英ルツボ等からの輻射熱のほとんどを受領する、遮蔽効果の大きいものとするとともに、この遮蔽体の形状等によって結晶の熱履歴、温度分布を支配できるようにしたものである。

尚、熱遮蔽体の大きさが30～95容量%とされるのは、30%未満では従来の装置と同様に遮蔽効果が不十分となるし、95%を越えるとルツボや10融液と接触してしまい、事実上結晶の製造が不可能となるからである。

本発明の第2の発明は、

「前記熱遮蔽体と円筒は、相互に着脱可能である単結晶製造装置。」である。

このように熱遮蔽体が着脱可能であれば、結晶口径、ルツボ口径、その他の15炉内構造等に応じ、隨時熱遮蔽体を交換することによって、その大きさ、形状等を変更でき、結晶の引上速度、熱履歴等の均一化、あるいは変更が可能となる。

本発明の第3の発明は、

「前記熱遮蔽体は、中空の外殻を有し、中空部に熱遮蔽材を挿入できる構造20である単結晶製造装置。」である。

このように熱遮蔽体が中空の外殻を有し、中空部に熱遮蔽材を挿入できる構造であれば、中空部に種々の熱伝導度を持つ材料を挿入することによって、熱遮蔽体の形状と大きさだけでなく、性質によっても結晶の温度分布を変更することができ、より極め細やかで、精度の良い制御が出来る。

25 本発明の第4の発明は、

「熱遮蔽体の外殻はグラファイトまたはSiCコートしたグラファイトあるいはSiC、Si₃N₄からなり、内側の中空部にはカーボンファイバー、グラスファイバー、タンクステン、ニオブ、タンタル、モリブデンを挿入するか中空のままとした単結晶製造装置。」である。

これは、熱遮蔽体の外殻は、SiO蒸気や融液表面等からの輻射熱に直接曝され、金属等では劣化しやすいので、グラファイトまたはSiCコートしたグラファイトあるいはSiC、Si₃N₄からなることが好ましい。一方、このように外殻に保護された内側の中空部には、種々の材料を挿入することが出来るので、熱伝導度の低いカーボンファイバー、グラスファイバー等を挿入してもよいし、逆にタンクステン、ニオブ、タンタル、モリブデン等の高融点金属を挿入するか、あるいは中空のままとして種々の熱伝導度をもつた熱遮蔽体を作製することが出来る。

本発明の第5の発明は、

10 「前記円筒または熱遮蔽体のいずれかと融液表面、結晶、ルツボ内壁との最短距離がそれぞれ、5~50mm、5~150mm、5~150mm、である単結晶製造装置。」である。

これは、それぞれの間隔が5mmより小さいと、単結晶棒が引上げ中若干の偏心運動を起こしたり、直径の制御不良が生じた場合に円筒内壁と結晶が15 接触したり、あるいは融液表面の振動、高温下における石英ルツボの若干の変形が生じた場合に、円筒または熱遮蔽体と融液あるいは石英ルツボが相互に接触し、その後の結晶の引上げが不可能になるからである。また、これらの間隔が狭過ぎると、ガス流が不均一になったり、ガスの線速が早過ぎるために、結晶の偏心運動を引き起こしたり、融液表面の振動を起こして、結晶20 の有転位化を引き起こしてしまう原因となる。また、円筒または熱遮蔽体と融液表面とが50mmより離れると、固化直後の単結晶部分に対する熱遮蔽効果が不十分となり、結晶の温度分布を調整するという所望の目的の達成が困難となる。更に、円筒または熱遮蔽体と結晶あるいはルツボとの距離が150mmを越えると、この部分を流れる保護ガスの流速が低下し、保護ガス25 によるSiOやCOを排出する整流作用が低下する上、保護ガスの浪費にもつながる。

但し、これらの数値は12"以上といったさらに大口径のシリコン単結晶を製造する場合は、その最適値が変更される可能性があるものであり、本発明の第1、2の発明は、これらの数値に限定されるものではない。

本発明の第6～第9の発明は、

「前記第1または第2の発明の装置を用いて単結晶を製造する方法。

前記第1または第2の発明の装置を用いてシリコン単結晶を製造する方法。

5 前記第1または第2の発明の装置を用いて、引上結晶の温度分布、熱履歴を制御する方法。

前記第3の発明の装置を用いて、引上結晶の温度分布、熱履歴を制御する方法。」である。

前記第1～第3の発明では、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上
10 単結晶棒を同軸に囲繞する円筒を有するとともに、その下端部に従来に比し非常に大きい熱遮蔽体を設置することで、熱遮蔽効果を増大し、かつこの熱遮蔽体を着脱自在とすることにより、その大きさ、形状、材質、挿入材料を自在に変更し、目的に応じ結晶熱履歴を適切に調整制御することを可能とする装置が提供される。

15 従って、この装置を用いて結晶を製造すれば、引上単結晶の口径が大きくなっても十分な熱遮蔽効果をもち、引上速度の低下をきたすこともなく、また固液界面全体での温度の均一化がはかられ、単結晶化率を低下させることもなく、結晶熱履歴、結晶の温度分布を容易にかつ精度よく制御することができる。

20 よって、この装置を用いてシリコン単結晶を製造すれば、近年の高度化した品質要求に十分対応できるシリコン単結晶を得ることができ、これを本発明の第10の発明とする。

尚、本発明の説明は8"φ以上のシリコン単結晶を製造する場合を例としてするが、本発明はこれらに限定されるものではなく、シリコン以外の化合物半導体や酸化物単結晶のチョクラルスキー法による製造においても有用であるし、12"φ以上といったさらに大口径の結晶はもとより、8"φ未満のシリコン単結晶の製造にも当然に適用することが出来る。

第1図は、本発明にかかるチョクラルスキー法の装置の断面概略図である。

第2図は、本発明にかかる熱遮蔽体の種々の実施形態を示した断面図である。

5 第3図は、融液直上の結晶温度分布の実測値を示した図である。

第4図は、従来のチョクラルスキー法の装置の断面概略図である。

第5図は、従来のチョクラルスキー法の装置の他の例を示した断面概略図である。(部分的にカバーする装置)

10 第6図は、従来のチョクラルスキー法の装置の他の例を示した断面概略図である。(カラーを有する装置)

発明を実施するための最良の形態

本発明をより詳細に説述するために、添付の図面に従ってこれを説明する。

15 第1図は本発明の一実施態様を示したもので、引上室1のほぼ中央に、黒鉛サセプター2に保持された石英ルツボ3を設け、この黒鉛サセプターは底部中央を回転、上下自在の支持軸4で下方より支持される。引上室は天井中央に開口部8を有し、サブチャンバー9はこれに接続し、サブチャンバー内に回転、上下自在の引上軸11を備え、前記開口部8の縁に上端を気密に結合し、下端を融液7の表面近傍まで垂下する円筒19を設ける。この円筒19の下端部には、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30~95容量%を占める大きさの熱遮蔽体25が着脱自在に設置されている。サブチャンバー9の上方には保護ガス導入口21が、引上室底部には排出口15が開口している。

円筒19の上端と開口部8の縁との結合は、必ずしも高度の気密性を要するものではなく、着脱自在に取りつけられるものであって、円筒中に導入される保護ガスが、ある程度洩れることはかまわない。また、円筒19は必ずしも垂下するものに限られるものではなく、下方にむけて拡開していくても良

いし、逆に先細りとなっていても良い。この円筒の材質は、グラファイトまたはSiCコートしたグラファイトあるいはSiC、Si_xN_y等の耐熱性材料を用いることができ、またこれら素材の多層構造として断熱効果を大きくすることもできる。さらには単結晶棒を金属汚染させないことを配慮した
5 上での耐熱性金属材料を用いることも可能である。

引上中の単結晶棒の温度は、主に固液界面からの熱伝導、融液表面およびルツボからの輻射熱により決まる。固液界面からの熱伝導は避けることが出来ず、制御もできないものであるから、結局、輻射熱をどれだけ制御できるかで結晶の温度分布が決定されることになる。本発明における熱遮蔽体25
10 は、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上
結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30~95容量%を占めるとい
う非常に大きなものである。従って、この部分での融液表面、石英ルツボ等
から直接輻射熱のほとんどが、一旦この熱遮蔽体25によってさえぎられ
ることになり、結晶温度はこの熱遮蔽体25及び円筒19を通しての間接輻
射熱によって決まることとなる。そして、結晶の引上速度、大口径結晶の無
15 転位化、さらに近年問題となっている熱履歴起因の結晶品質等は、固液界面
およびこれに続く融液から上方に引上結晶の半径分の高さにおける温度の勾
配、均一性によって大きな影響を受けるので、この熱遮蔽体25を調整する
ことによって結晶の熱履歴、温度分布が支配され、結晶の製造効率、品質改
善をはかることができる。

また、このように大きな熱遮蔽体25の別の作用効果として、大口径結晶
引上げ時の石英ルツボ内壁と融液7の表面との接触点の温度を上昇させ、こ
の部分からの融液の固化を防止できることが挙げられる。というのは、大口
径結晶を引上げるために当然これを製造するための石英ルツボも大口径化
25 しなければならないが、石英ルツボが大口径化すると、融液7の表面積も大
きくなり、融液表面からの輻射による熱の放散も大きくなる。この結果石英
ルツボ内壁と融液7の表面との接触点の温度が低下する傾向があり、この低
温化した石英ルツボ内壁からも融液の固化が始まり、その後の単結晶12の
引上げが不可能になることがある。これに対し、本発明では、熱遮蔽体25

を有するので、融液表面からの輻射熱は熱遮蔽体25によって吸収されるとともに、熱遮蔽体自体の輻射によって、石英ルツボ内壁と融液7の表面との接触点の温度は低下せず、石英ルツボ内壁から固化が発生することもない。

5 この熱遮蔽体25の熱遮蔽効果は、その大きさ、形状、材質等によって変更することができる。従って、結晶の温度分布を変更する必要がある場合は、遮蔽効果の異なるものに交換すれば良いので、熱遮蔽体25は、円筒19に着脱自在に取りつけられている。両者の結合の仕方は、ねじ込みあるいは嵌合する等、一般の方法によれば良い。

10 热遮蔽体25の構造としては種々のものが挙げられ、その具体例を第2図(a)～(f)に示した。熱遮蔽体25全体を同一の材料で作製しても良いが、それでは全体形状と大きさのみでしか熱遮蔽効果を調整できないし、そのつど熱遮蔽体自体を交換しなければならず、不経済でもある。そこで、本発明では、熱遮蔽体25の構造を、中空の外殻26と中空部27とを有し、

15 中空部に熱遮蔽材を挿入できる構造とするのが好ましい。

20 このように熱遮蔽体25が中空の外殻26を有し、中空部27に熱遮蔽材を挿入できる構造であれば、中空部27に種々の熱伝導度を持つ材料を挿入することによって、熱遮蔽体25の形状と大きさだけでなく、挿入材料の性質によっても結晶の温度分布を変更することができ、より極め細やかで、精度の良い制御が出来る。

この場合、熱遮蔽体の外殻26はグラファイトまたはSiCコートしたグラファイトあるいはSiC、Si_xN_yで作製するのが好ましい。これは、熱遮蔽体の外殻26は、融液表面等からの輻射熱に直接曝され高温化し、その上SiO蒸気にも直接曝されるため、その表面が劣化しやすく、金属等では耐久性に問題があるからである。一方、このように外殻に保護された内側の中空部27には、耐熱性で、反応等により炉内を汚染する心配がないものであれば、種々の材料を挿入することが出来る。熱伝導度の低いカーボンファイバー、グラスファイバー等を挿入してもよいし、逆にタンクステン、ニオブ、タンタル、モリブデン等の熱伝導度の高い金属材料を挿入しても良く

、あるいは中空のまますするのも良い。このように中空部27に種々の熱伝導度を持つ材料を挿入することによって、種々の熱伝導特性をもった熱遮蔽体25を作製することが出来る。

次に、本発明にあっては、前記円筒19または熱遮蔽体25のいずれかと融液7の表面、結晶12、ルツボ3の内壁との最短距離がそれぞれ、5~50mm、5~150mm、5~150mmの範囲であることが好ましい。

このようにすれば、円筒19と石英ルツボ3とに囲まれた融液7の直上の空間は、熱遮蔽体25がない場合と比較して著しく制限され、円筒19と単結晶棒12との間の隙を通って導入された保護ガスは、融液7の表面上に到達した後、反転して石英ルツボ3の外へ排出される時、融液7の表面上での滞留時間が短く制限され、石英ルツボ3の内壁と熱遮蔽体25の外壁との間の狭い隙を比較的高速で通過し、石英ルツボの内壁と熱遮蔽体の外壁を洗うように流れるので、従来技術で問題となるSiOの石英ルツボ上端部への凝集析出による結晶有転位化の問題がなくなる。また、引上室1内の黒鉛サ
セプター2、ヒーター6、あるいはこれらを回転する保温体5等とSiO、
石英ルツボ3とが反応して発生するCOガスが逆流してシリコン融液7を炭素で汚染することもなくなる。ただし、それとの間隔を5mmより小さくすることはできない。単結晶棒12が引上げ中若干の偏心運動を起こしたり、直径の制御不良を生じた場合に円筒19の内壁と結晶棒12が接触したり
あるいは融液7の表面の振動、高温下における石英ルツボ3の若干の変形が生じた場合に、円筒19または熱遮蔽体25と融液7あるいは石英ルツボ3が相互に接触し、その後の結晶の引上げが不可能になるからである。また、これらの間隔が狭過ぎると、保護ガスの流れが不均一になったり、ガスの線速が早過ぎるために、結晶棒12の偏心運動を引き起こしたり、融液7の表面振動を引き起こして、結晶を有転位化させてしまうこともある。一方、円筒19または熱遮蔽体25と融液7の表面とが50mmより大きくなると、固化直後の単結晶部分に対する熱遮蔽効果が不十分となり、結晶の温度分布を調整することが困難となる。更に、円筒19または熱遮蔽体25と結晶棒12あるいはルツボ3との距離が150mmを越えると、この部分を流れ

る保護ガスの流速が低下し、保護ガスによるSiOやCOを排出する整流作用が低下してしまう。

(実施例)

①実施例1

5 チョクラルスキー法で8"（外径210mm）Φのシリコン単結晶棒を引き上げる場合に用いる22"（内径550mm）Φ石英ルツボに、原料多結晶シリコン100kgをチャージし、従来の装置を用いたものと、本発明の装置とで、温度分布がどの程度変更されるか、融液面直上の結晶温度分布を実測してみた。結果を第3図に示す。

10 第3図で曲線Cは、第6図に示した従来タイプの装置を用いた場合である。輻射熱の遮蔽効果が不十分であるため、温度が高いことがわかる。第3図で曲線Aは、第1図に示した本発明にかかる装置を用いた場合である。曲線Cに比べて温度が低く、遮蔽効果が優れていることがわかる。尚、この場合円筒19と熱遮蔽体の外殻26は等方性黒鉛で作成し、中空部27にはカーボンファイバーを充填した。また、円筒19または熱遮蔽体25のいずれかと融液表面との距離は30mmとし、ルツボ内壁との距離は40mmとした。

15 また、円筒19下端の開口径は270mmとした。次に、熱遮蔽体25の遮蔽効果の微調整をすべく、中空部27に断熱材を挿入せず、中空のままとした他は上記と同様にして測定した。その結果第3図の曲線Bのようになり、

20 結晶温度の微調整が可能であることがわかった。

②実施例2

上記曲線AとCに相当する装置で、実際に8"Φ、方位<100>のシリコン単結晶棒を引き上げた。その結果を下記の表にまとめた。

この結果から分かるように、本発明の装置で製造した8"Φシリコン単結晶は、従来の装置で製造したものに比べ、全ての試験項目で良好な結果となっている。特に、熱履歴の改善により、引上速度を速くし、なおかつ結晶品質の改善が図られていることがわかる。

5

10

15

| 製造種別 | 本発明(A) | 従来例(C) |
|--------------------------|--------|--------|
| 製造本数 | 20 | 20 |
| 無転位単結晶の収率 (%) (注1) | 73 | 65 |
| 単結晶棒の平均引上速度 (mm/min) | 1.02 | 0.81 |
| O SF良品率 (%) (注2) | 100 | 61 |
| 平均COP数 (#/wafer) (注3) | 12 | 33 |

注1) 有転位部分を切削除去した無転位単結晶重量と使用した原料多結晶重量の比であらわす。

注2) シリコンウェーハを切り出し、780°C × 3時間および1000°C × 16時間の熱処理をした後、選択エッチングし、O SF欠陥が基準値以下のものを良品とし、O SF良品ウェーハ枚数と全ウェーハ枚数の比であらわす。

注3) COP [Crystal Originated Particle] とは、研磨後のシリコンウェーハ表面を洗浄する際にアンモニアと過酸化水素の混合液でパーティクルを除去する洗浄を行うと、ウェーハ表面に結晶成長時に導入された欠陥に基づくピットが形成され、ウェーハをパーティクルカウンターでパーティクル測定すると、このピットも本来のパーティクルとともにパーティクルとして検出される。この様なピットを本来のパー

ティクルと区別するためにCOPと呼称する。COPが増加すると酸化膜耐圧が劣化する。（「半導体メーカーのウェーハ洗浄仕様と問題点」 ULSI生産技術緊急レポート編集委員会編、P58～70、1993年12月20日第1版第1刷発行）

5 ここでは、0.16um以上のサイズのものの、1ウェーハ当たりの個数で示した。

産業上の利用可能性

以上のように、本発明にかかる装置および方法は、チョクラルスキー法によって結晶を引上げる際に用いられるもので、特には8"φ以上といった大口径のシリコン単結晶の製造に適している。

そして、本発明によって、引上げる結晶の温度分布、熱履歴を自在にコントロールすることが出来るので、結晶の製造効率および品質を向上ならしめることができる。

15

20

25

請求の範囲

1. 上端を引上室天井に気密結合し、下端をルツボ内の融液表面に近接させた引上単結晶棒を同軸に回轉する円筒（19）を有するチョクラルスキーフ法による単結晶製造装置において、前記円筒（19）の下端部に、結晶表面と石英ルツボ内壁と融液表面とに囲まれ、融液から上方に引上結晶の半径分に相当する高さを有する空間の30～95容量%を占める大きさの熱遮蔽体（25）を設置したことを特徴とする単結晶製造装置。
5
2. 前記熱遮蔽体（25）と円筒（19）は、相互に着脱可能である請求の範囲第1項記載の単結晶製造装置。
- 10 3. 前記熱遮蔽体（25）は、中空の外殻（26）を有し、中空部（27）に熱遮蔽材を挿入できる構造である請求の範囲第1項または第2項記載の単結晶製造装置。
- 15 4. 热遮蔽体の外殻（26）はグラファイトまたはSiCコートしたグラファイトあるいはSiC、Si₃N₄からなり、内側の中空部（27）にはカーボンファイバー、グラスファイバー、タンクステン、ニオブ、タンタル、モリブデンを挿入するか中空のままとした請求の範囲第3項記載の単結晶製造装置。
5. 前記円筒（19）または熱遮蔽体（25）のいずれかと融液表面、結晶、ルツボ内壁との最短距離がそれぞれ、5～50mm、5～150mm、
20 5～150mm、である請求の範囲第1項または第2項記載の単結晶製造装置。
6. 請求の範囲第1項または第2項記載の装置を用いて単結晶を製造する方法。
7. 請求の範囲第1項または第2項記載の装置を用いてシリコン単結晶を製
25 造する方法。
8. 請求の範囲第1項または第2項記載の装置を用いて、引上結晶の温度分布、熱履歴を制御する方法。
9. 請求の範囲第3項記載の装置を用いて、引上結晶の温度分布、熱履歴を制御する方法。

10. 請求の範囲第7項記載の方法により製造されたシリコン単結晶。

5

10

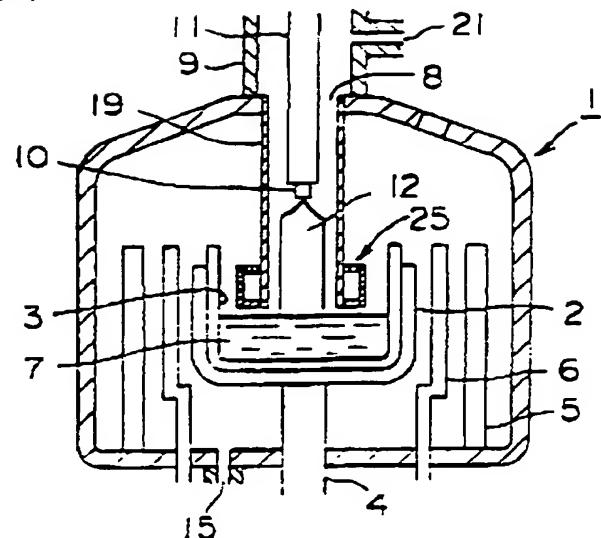
15

20

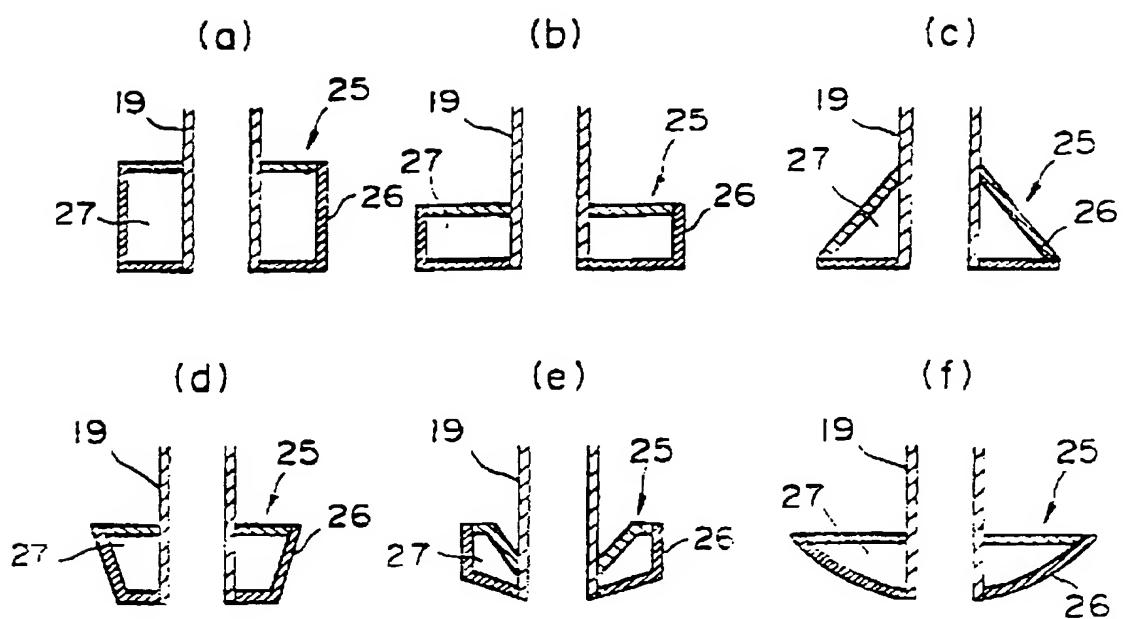
25

1 / 4

第 1 図

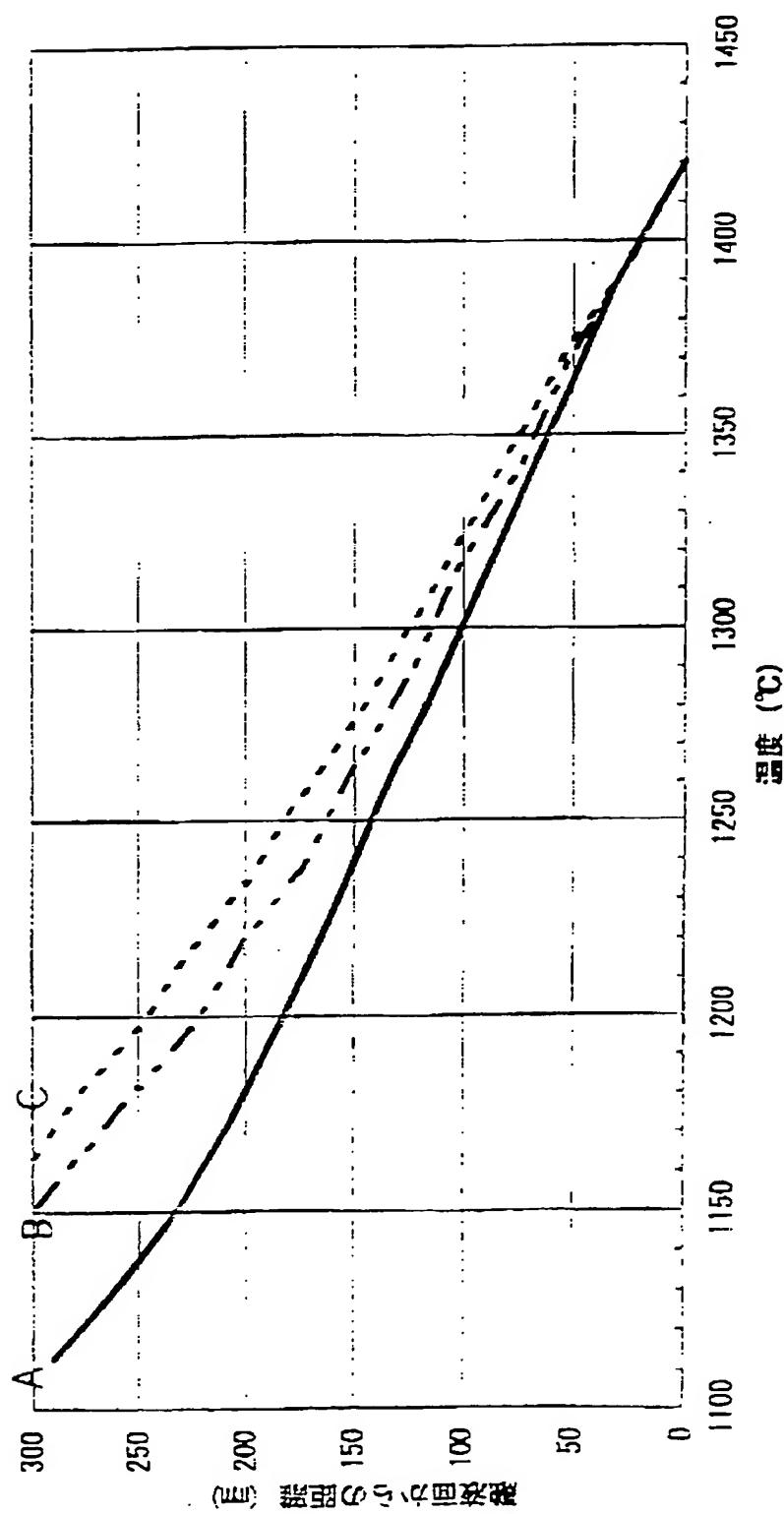


第 2 図



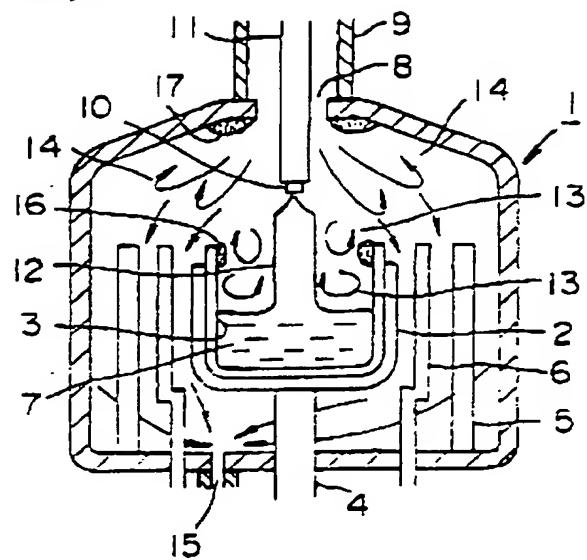
2 / 4

図3-1x

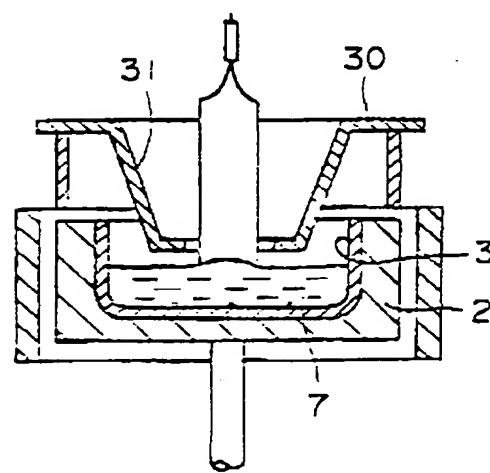


3 / 4

第 4 図

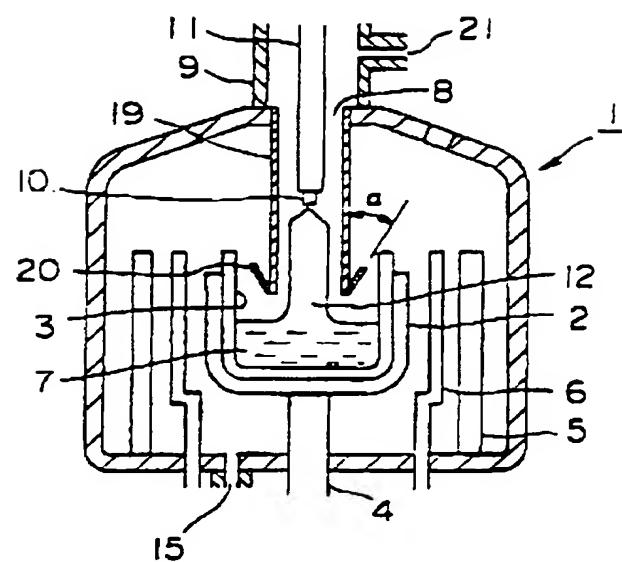


第 5 図



4 / 4

第 6 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP95/02514

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl⁶ C30B15/00, C30B29/06, H01L21/208

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl⁶ C30B15/00, C30B29/06, H01L21/208

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

| | |
|----------------------------|-------------|
| Jitsuyo Shinan Koho | 1926 - 1996 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971 - 1996 |
| Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994 - 1996 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X | JP, 5-330975, A (Mitsubishi Materials Corp. and another), December 14, 1993 (14. 12. 93), Claim 1, lines 3 to 10, 24 to 48, column 2, Fig. 1 (Family: none) | 1, 2, 5-8, 10 |
| Y | JP, 5-330975, A (Mitsubishi Materials Corp. and another), December 14, 1993 (14. 12. 93), Claim 1, lines 3 to 10, 24 to 48, column 2, Fig. 1 (Family: none) | 3, 4, 9 |
| Y | JP, 5-35715, B2 (Osaka Titanium Seizo K.K. and another), May 27, 1993 (27. 05. 93), Claims 1, 2, lines 14 to 18, column 4, lines 2 to 33, column 5, Figs. 1, 2 (Family: none) | 3, 4, 9 |
| Y | JP, 3-153595, A (Osaka Titanium Seizo K.K. and another), July 1, 1991 (01. 07. 91), | 3, 4, 9 |

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

- * Special categories of cited documents:
- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
March 26, 1996 (26. 03. 96)Date of mailing of the international search report
April 16. 1996 (16. 04. 96)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office
Facsimile No.Authorized officer
Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP95/02514

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| | Line 18, lower right column, page 2 to line 7, lower left column, page 3, Fig. 1 (Family: none) | |
| Y | JP, 6-135792, A (Research Development Corporation of Japan and another), May 17, 1994 (17. 05. 94), Lines 23 to 25, column 3 & EP, 595269, A1 & US, 5450814, A | 4 |
| Y | JP, 5-105578, A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), April 27, 1993 (27. 04. 93), Claim 6 & US, 5373805, A & EP, 538084, B1 | 4 |
| Y | JP, 62-138386, A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), June 2, 1987 (02. 06. 87), Claims 1 to 3, Fig. 1 (Family: none) | 4 |
| A | JP, 6-48884, A (Kawasaki Steel Corp.), February 22, 1994 (22. 02. 94), Claim 1, lines 15 to 46, column 2, Fig. 1 (Family: none) | 1 - 10 |

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int C1' C30B15/00 . C30B29/06 . H01L21/208

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int C1' C30B15/00 . C30B29/06 . H01L21/208

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-1996年
 日本国登録実用新案公報 1994-1996年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| X | J P. 5-330975, A. (三菱マテリアル株式会社 外1名) 14. 12月. 1993 (14. 12. 93), 請求項1, 第2欄第3-10行, 同第24-48行 第1図 (ファミリーなし) | 1, 2, 5-8, 10 |
| Y | J P. 5-330975, A. (三菱マテリアル株式会社 外1名) 14. 12月. 1993 (14. 12. 93), 請求項1, 第2欄第3-10行, 同第24-48行 第1図 (ファミリーなし) | 3, 4, 9 |
| Y | J P. 5-35715, B2, (大阪チタニウム製造株式会社 外1名) 27. 5月 1993 (27. 05. 93), 特許請求の範囲第1項及び第2項, 第4欄第14 -18行, 第5欄第2-33行, 第1図及び第2図 (ファミリーなし) | 3, 4, 9 |
| Y | J P. 3-153595, A. (大阪チタニウム製造株式会社 外1名) 1. 7月. | 3, 4, 9 |

 C欄の焼きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
もの

「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたも
の

「I」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する
文献(理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理
論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以
上の文献との、当業者にとって自明である組合せに
よって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

| | |
|--|---|
| 国際調査を完了した日 26. 03. 96 | 国際調査報告の発送日 16.04.96 |
| 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 | 特許庁審査官(権限のある職員) 天野 齊 印 4G 9151 電話番号 03-3581-1101 内線 3418 |

| C(続き) 関連すると認められる文献 | | 関連する 請求の範囲の番号 |
|--------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | |
| | 1991(01.07.91), 第2頁右下欄第18行-第3頁左下欄第7行, 第1図(ファミリーなし) | |
| Y | J P. 6-135792, A. (新技術事業團 外1名) 17. 5月. 1994 (17. 05. 94), 第3欄第23-25行, & E P. 595269, A1 & U S. 5450814, A | 4 |
| Y | J P. 5-105578, A. (信越半導体株式会社) 27. 4月. 1993 (27. 04. 93). 請求項6 & U S. 5373805, A & E P. 538084, B1 | 4 |
| Y | J P. 62-138386, A. (信越半導体株式会社) 22. 6月. 1987 (22. 06. 87) 特許請求の範囲第1-3項、第1図(ファミリーなし) | 4 |
| A | J P. 6-48884, A. (川崎製鐵株式会社) 22. 2月. 1994 (22. 02. 94) 請求項1, 第2欄第15-46行, 第1図(ファミリーなし) | 1-10 |